

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 07-088171

(43)Date of publication of application : 04.04.1995

(51)Int.Cl.

A61L 15/60
A61F 5/44
A61F 13/46
B01J 20/10
B01J 20/26
C08F 20/06

(21)Application number : 06-065571

(71)Applicant : SANYO CHEM IND LTD

(22)Date of filing : 08.03.1994

(72)Inventor : SUMIYA TAKASHI
DATE MASASHI
TANAKA KENJI
MUKODA SHINGO

(30)Priority

Priority number : 05172669 Priority date : 18.06.1993 Priority country : JP

(54) ABSORBENT COMPOSITION FOR PAPER DIAPER

(57)Abstract:

PURPOSE: To provide the absorbent compsn. with which paper diapers having a good dry feel and remaining leakfree even after long-term wearing are obtainable and which is useful for the thinner paper diapers having a high ratio of an absorbent/fibrous base material by using the absorbent compsn.

CONSTITUTION: This powder and granular absorbent compsn. is adequate for use at a high concn. in the fibrous base material and is formed by using an acrylate and/or acrylic acid as the main monomer component of a polymer. The compsn. consists of a mixture composed of water absorbent resin particles (A) having a structure cross-linked by a first cross-linking agent (a) having at least two pieces of double bonds copolymerizable with the monomer and a second cross-linking agent (b) having at least two pieces of functional groups covalent bondable with a carboxylic acid group and fine powder of a specific silicon dioxide (B) having a degree of hydrophilicity of $\geq 70\%$. In addition, the absorbent compsn. for the paper diapers has a specific narrow grain size distribution.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 30.03.1998

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number] 3205168

[Date of registration] 29.06.2001

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平7-88171

(43) 公開日 平成7年(1995)4月4日

(51) Int.Cl. ⁸	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
A 6 1 L 15/60				
A 6 1 F 5/44		H 7108-4C		
13/46				
			A 6 1 F 13/ 18	3 0 7 A
			A 4 1 B 13/ 02	D
			審査請求 未請求 請求項の数12	FD (全 13 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願平6-65571

(22) 出願日 平成6年(1994)3月8日

(31) 優先権主張番号 特願平5-172669

(32) 優先日 平5(1993)6月18日

(33) 優先権主張国 日本 (J P)

(71) 出願人 000002288

三洋化成工業株式会社

京都府京都市東山区一橋野本町11番地の1

(72) 発明者 住谷 隆

京都市東山区一橋野本町11番地の1 三洋
化成工業株式会社内

(72) 発明者 伊達 雅志

京都市東山区一橋野本町11番地の1 三洋
化成工業株式会社内

(72) 発明者 田中 健治

京都市東山区一橋野本町11番地の1 三洋
化成工業株式会社内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 紙おむつ用吸収剤組成物

(57) 【要約】

【構成】 繊維状基材中で高濃度で使用するのに好適な粉粒状の吸収剤組成物であって、アクリル酸塩および／またはアクリル酸を重合体の主単量体成分とし、該単量体と共重合可能な二重結合を少なくとも2個有する第一の架橋剤 (a) とカルボン酸基と共有結合しうる官能基を少なくとも2個有する第二の架橋剤 (b) で架橋された構造を有する吸水性樹脂粒子 (A) と、親水性度70%以上の特定の二酸化ケイ素微粉末 (B) との混合物からなり、且つ特定の狭い粒度分布を有する紙おむつ用吸収剤組成物。

【効果】 本発明の吸収剤組成物を使用することにより、長時間着用しても、ドライ感が良好で、漏れない紙おむつが得られる。特に、吸収剤／繊維状基材の比率が大きな薄型化紙おむつに有用である。

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 繊維状基材とともに紙おむつとして使用する粉粒状の吸収剤組成物であって、アクリル酸塩および／またはアクリル酸を重合体の主単量体成分とし、該単量体と共重合可能な二重結合を少なくとも 2 個有する第一の架橋剤 (a) とカルボン酸基と共有結合しうる官能基を少なくとも 2 個有する第二の架橋剤 (b) で架橋された構造を有する吸水性樹脂粒子 (A) と、比表面積 $50 \sim 450 \text{ m}^2 / \text{mg}$ で且つ親水性度 70 % 以上の親水性二酸化ケイ素微粉末 (B) とからなり、(A) 100 重量部に対して (B) 0.05 ~ 5 重量部の混合比率であって、且つ 850μ より大きい粒径の含有量が 10 重量 % 以下、 150μ より小さい粒径の含有量が 10 重量 % 以下である粒度分布を有する紙おむつ用吸収剤組成物。

【請求項 2】 (A) が、アクリル酸とアクリル酸塩との単量体混合物と架橋剤 (a) とを重合し、その後重合体中のカルボン酸基を架橋剤 (b) で反応させることにより実質的に均一に架橋して得られる吸水性樹脂粒子である請求項 1 記載の組成物。

【請求項 3】 (A) が、アクリル酸と架橋剤 (a) とを重合し、その後重合体中のカルボン酸基をアルカリ金属塩で部分中和し、さらに重合体中のカルボン酸基を架橋剤 (b) で反応させることにより実質的に均一に架橋して得られる吸水性樹脂粒子である請求項 1 記載の組成物。

【請求項 4】 (A) が、請求項 2 または請求項 3 で得られた吸水性樹脂粒子の表面近傍を、さらに架橋剤

(b) で表面架橋せしめた吸水性樹脂粒子である請求項 1 記載の組成物。

【請求項 5】 (a) の量が該単量体の重量に対して 0.05 ~ 3 重量 %、(b) の量が該単量体の重量に対して 0.01 ~ 2 重量 % である請求項 1 ~ 4 のいずれか記載の組成物。

【請求項 6】 (A) と (B) の比が、(A) 100 重量部に対して (B) 0.1 ~ 2 重量部である請求項 1 ~ 5 のいずれか記載の組成物。

【請求項 7】 850μ より大きい粒径の含有量が 5 重量 % 以下、 150μ より小さい粒径の含有量が 5 重量 % 以下である請求項 1 ~ 6 のいずれか記載の組成物。

【請求項 8】 710μ より大きい粒径の含有量が 5 重量 % 以下、 150μ より小さい粒径の含有量が 5 重量 % 以下である請求項 1 ~ 7 のいずれか記載の組成物。

【請求項 9】 600μ より大きい粒径の含有量が 5 重量 % 以下、 150μ より小さい粒径の含有量が 5 重量 % 以下である請求項 1 ~ 8 のいずれか記載の組成物。

【請求項 10】 該組成物の人工尿に対する加圧下吸収量が $20 \sim 50 \text{ g} / \text{g}$ 、人工尿吸収ゲルの剪断後弾性率が $40,000 \text{ dyne} / \text{cm}^2$ 以上、且つ吸収速度が 10 ~ 90 秒である請求項 1 ~ 9 のいずれか記載の組成

物。

【請求項 11】 繊維状基材が、綿状パルプ、熱融着性複合繊維およびこれらの混合物から選ばれる少なくとも 1 種である請求項 1 ~ 10 のいずれか記載の組成物。

【請求項 12】 該組成物の使用量が、繊維状基材と該組成物との合計重量に対して 30 ~ 70 重量 % である請求項 1 ~ 11 のいずれか記載の組成物。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は紙おむつに好適に使用される粉粒状の吸収剤組成物に関する。更に詳しくは、吸収性能のみならず、優れたゲルの剪断後弾性率と適度な吸収速度を有し、その結果、紙おむつに適用したときに優れた性能を長時間発揮する吸収剤組成物に関するものである。

【0002】

【従来の技術】 従来、吸水性樹脂と呼ばれる粉粒状の水膨潤性架橋ポリマーが紙おむつ用吸収剤にも使用されてきた。これらの吸水性樹脂の例としては、デンプン-アクリル酸塩共重合体架橋物、ポリアクリル酸塩架橋物、アクリル酸エステル-酢酸ビニル共重合体架橋物のケン化物、無水マレイン酸共重合体架橋物、変性セルロース誘導体等が知られているが、これらの中でも、主にデンプン-アクリル酸塩共重合体架橋物、ポリアクリル酸塩架橋物が紙おむつ用途に従来から使用されてきた。しかし、従来の紙おむつにおける吸水性樹脂の使用量は、パルプ等の繊維状基材と吸水性樹脂の合計重量に対して 15 ~ 25 重量 % 程度の少ない量であった。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】 近年、紙おむつの薄型化（吸水性樹脂使用量の増加、パルプ使用量の低減）が進行するにつれて吸水性樹脂／繊維状基材の比率が大きくなり、従来の吸水性樹脂では十分満足しうる紙おむつ性能が得られなくなってきた。すなわち、従来の吸水性樹脂では、紙おむつの吸収性能はある程度満足されるものの、吸収ゲルの剪断後弾性率が低いため尿の繰り返し吸収性に劣る、吸収速度が適度でないことから尿の拡散性が劣ったり漏れが生じるといった問題点があった。しかも、吸水性樹脂／繊維状基材の比率の大きな薄型化紙おむつ用に設計された訳ではないことから、加圧下における吸収能とゲル弾性率とのバランスや、吸収ゲルの剪断力が加わった状態での安定性、尿の拡散性などについては全く考慮されていないのが実状である。特に、吸水性樹脂／繊維状基材の比率の大きい薄型化紙おむつでは、紙おむつ性能は吸水性樹脂の性能に大きく左右される。そこで、紙おむつが実際に使用されている状態から、紙おむつ用吸収剤としての必要機能を考察すると、

(イ) 紙おむつ着用者の荷重が加わった状態でも尿をよく吸収する（加圧下吸収量）、

(ロ) 荷重により吸収ゲルが変形したり、壊れたりしない（初期弾性率）、

(ハ) 着用者の動き(這う、尻をずらす、寝返るなど)による剪断力が加わっても吸収ゲルが安定であり、次の排尿に対しても吸収力を発揮する(ゲルの剪断後弾性率)、(ニ)尿を吸収した時にゲルブロッキングを生じない(微粉含量の低減)、(ホ)尿を紙おむつ内に広く拡散させる適度な吸収速度(吸収速度、初期の加圧下吸収量)等の少なくとも5つの機能が必要である。すなわち、吸収剤にこれらの機能が付与できれば、長時間着用しても、ドライ感が良好で、漏れない紙おむつが実現する。特に、繊維状基材に対する吸収剤の使用比率が大きくなるほど(例えば、吸収剤/繊維状基材の比率が重量比で30/70を越える場合)、上記の機能が吸収剤に必要となる。一方、紙おむつ用途に好適な吸収剤であるとして幾つかの提案もなされている。例えば、合成尿に対し少なくとも20g/gのゲル容量を有し、ヒドロゲルの剪断弾性率が少なくとも2,000ダイン/cm²で、平衡抽出性重合体含量が17重量%以下のグラフトされていない吸収剤(特開昭62-54751号公報)の提案があるが、吸収剤の性能としては常圧下での吸収能力とゲル強度だけに着目していることから、上記の5つの機能の内(ロ)と(ハ)についてはある程度の効果が期待できるが、その他の3つの機能については十分満足しているとは言えない。更に、合成尿に対し少なくとも20g/gのゲル容量を有し、質量メジアン粒径が400~1680μを有するわずかに架橋された吸収性ゲル化剤(特開平1-132802号公報)の提案があるが、吸収剤の性能としては常圧下での吸収能力と粒度だけに着目していることから、上記の5つの機能の内

(二)についてはある程度の効果が期待できるが、その他の4つの機能については十分満足しているとは言えない。更に、生理食塩水の吸液量40~90g/g、吸液速度8ml/0.3gポリマー以上であり且つイオン交換水を飽和膨潤せしめた時のゲル強度33~200g/cm²である高分子吸収体(特開昭60-185804号公報、特開昭60-185805号公報)の提案があるが、吸収剤の性能としては常圧下での吸収能力、吸液速度および水に対するゲル強度だけに着目していることから、上記5つの機能の内(ロ)と(ホ)についてはある程度の効果が期待できるが、その他の3つの機能については十分満足しているとは言えない。

【0004】

【課題を解決するための手段】本発明者らは、上記問題を鑑みて、紙おむつ用吸収剤、特に高濃度で吸収剤が使用される薄型化紙おむつの吸収剤について鋭意検討した結果、特定の多重架橋構造を有するカルボン酸基含有吸水性樹脂粒子に、特定の性状を有する親水性二酸化ケイ素微粉末を混合し、更に粒度分布をコントロールすることにより目的とする吸収剤が得られることを見だし、本発明に到達した。

【0005】すなわち本発明は、繊維状基材とともに紙

おむつとして使用する粉粒状の吸収剤組成物であって、アクリル酸塩および/またはアクリル酸を重合体の主単量体成分とし、該単量体と共重合可能な二重結合を少なくとも2個有する第一の架橋剤(a)とカルボン酸基と共有結合しうる官能基を少なくとも2個有する第二の架橋剤(b)で架橋された構造を有する吸水性樹脂粒子(A)と、比表面積50~450m²/gで且つ親水性度70%以上の親水性二酸化ケイ素微粉末(B)とからなり、(A)100重量部に対して(B)0.05~5重量部の混合比率であって、且つ850μより大きい粒径の含有量が10重量%以下、150μより小さい粒径の含有量が10重量%以下である粒度分布を有する紙おむつ用吸収剤組成物である。

【0006】本発明においてアクリル酸の塩としては、アルカリ金属塩(ナトリウム塩、カリウム塩、リチウム塩など)、アンモニウム塩、アミン塩(メチルアミン塩、トリメチルアミン塩などのアルキルアミン塩;トリエタノールアミン塩、ジエタノールアミン塩などのアルカノールアミン塩など)などが挙げられる。これらの内で好ましい塩は、アルカリ金属塩であり、さらに好ましい塩はナトリウム塩およびカリウム塩である。

【0007】単量体としてアクリル酸とアクリル酸塩との混合物を用いる場合、アクリル酸とアクリル酸塩のモル比は通常(10~40):(60~90)、好ましくは(20~35):(80~65)である。アクリル酸のモル比が10未満の場合、得られる吸水性樹脂のpHがアルカリ性となり、一方、40を越えるとpHが酸性となり、いずれの場合も人体の皮膚に対する安全性の点で好ましくないことから、紙おむつ用吸収剤組成物の構成成分としては適当でない。

【0008】単量体としてアクリル酸を用いる場合、重合後に重合体中のカルボン酸基をアルカリ性物質で部分中和するのが通常である。この中和に使用されるアルカリ性物質としては、アルカリ金属化合物(水酸化ナトリウム、水酸化カリウムなど)、アルカリ金属炭酸塩(炭酸ナトリウム、重炭酸ナトリウムなど)、アンモニア、アミン化合物(メチルアミン、トリメチルアミンなどのアルキルアミン;トリエタノールアミン、ジエタノールアミンなどのアルカノールアミンなど)およびこれらの二種以上が挙げられる。中和度は通常60~90モル%、好ましくは65~80モル%である。中和度が60モル%未満の場合、得られる吸水性樹脂のpHが酸性となり、一方、90モル%を越えるとpHがアルカリ性となり、いずれの場合も人体の皮膚に対する安全性の点で好ましくないことから、紙おむつ用吸収剤組成物の構成成分としては適当でない。

【0009】本発明において該単量体と共重合可能な二重結合を少なくとも2個有する第一の架橋剤(a)の例としては下記のものが挙げられる。

①ビス(メタ)アクリルアミド:N,N'-アルキレン

(C₁~C₆)ビス(メタ)アクリルアミドたとえばN,N'-メチレンビスアクリルアミドなど。

②ポリオール類と不飽和モノまたはポリカルボン酸とのジまたはポリエステル:ポリオール類[エチレングリコール、トリメチロールプロパン、グリセリン、ポリオキシエチレングリコール、ポリオキシプロピレングリコールなど]のジまたはトリ-(メタ)アクリル酸エステル:不飽和ポリエステル[上記ポリオール類とマレイン酸などの不飽和酸との反応によって得られる]およびジ-またはトリ-(メタ)アクリル酸エステル[ポリエポキシドと(メタ)アクリル酸との反応によって得られる]など。

③カルバミルエステル:ポリイソシアネート[トリレンジイソシアネート、ヘキサメチレンジイソシアネート、4,4'-ジフェニルメタンジイソシアネートおよびNCO基含有プレポリマー(上記ポリイソシアネートと活性水素原子含有化合物との反応によって得られる)など]とヒドロキシエチル(メタ)アクリレートとの反応によって得られるカルバミルエステルなど。

④ジまたはポリビニル化合物:ジビニルベンゼン、ジビニルトルエン、ジビニルキシレン、ジビニルエーテル、ジビニルケトン、トリビニルベンゼンなど。

⑤ポリオール類のジ-またはポリ-(メタ)アリルエーテル:ポリオール類[アルキレングリコール、グリセリン、ポリアルキレングリコール、ポリアルキレンポリオール、炭水化物など]のジまたはポリ-(メタ)アリルエーテルたとえばポリエチレングリコールジアリルエーテルおよびアリル化デンプン、アリル化セルロースなど。

⑥ポリカルボン酸のジ-またはポリ-アリルエステル:ジアリルフタレート、ジアリルアジペートなど。

⑦不飽和モノ-またはポリ-カルボン酸とポリオールのモノ(メタ)アリルエーテルとのエステル:ポリエチレングリコールモノアリルエーテルの(メタ)アクリル酸エステルなど。

⑧ポリアリロキシアルカン類:ジアリロキシエタン、トリアリロキシエタン、テトラアリロキシエタン、ネオペンチルグリコールトリアリルエーテル、ネオペンチルグリコールテトラアリルエーテルなど。

これらの内で好ましい架橋剤(a)は、①ビス(メタ)アクリルアミド、②ポリオール類と不飽和モノカルボン酸またはポリカルボン酸とのジまたはポリ-エステル、③ポリアリロキシアルカンであり、更に好ましい架橋剤は、N,N'-メチレンビスアクリルアミド、エチレングリコールジアクリレート、トリメチロールプロパントリアクリレート、テトラアリロキシエタンおよびネオペンチルグリコールトリアリルエーテルである。特に好ましい架橋剤は、分子内にアミド基、エステル基のような加水分解しやすい結合様式を含まないという点で、テトラアリロキシエタンおよびネオペンチルグリコール

トリアリルエーテルである。

【0010】架橋剤(a)の量は、重合性単量体の合計重量に対して通常0.01~5重量%、好ましくは0.05~3重量%、更に好ましくは0.1~1重量%である。(a)の量が0.01重量%未満では、たとえ第二の架橋剤(b)で更に架橋したとしても、得られる吸水性樹脂のゲルの剪断後弾性率が不十分になる。一方、5重量%を越えると逆に初期弾性率が過大となりすぎて脆くなり、ゲルの剪断後弾性率が低下するとともに、加圧下吸収量も低下する。

【0011】本発明において吸水性樹脂は、カルボン酸基と共有結合しうる官能基を少なくとも2個有する第二の架橋剤(b)で更に架橋される。この架橋剤(b)としては、例えば、ポリグリシジルエーテル化合物(エチレングリコールジグリシジルエーテル、グリセリン-1,3-ジグリシジルエーテル、グリセリントリグリシジルエーテル、ポリエチレングリコールジグリシジルエーテルなど);ポリオール化合物(グリセリン、エチレングリコール、ポリエチレングリコールなど);ポリアミン化合物(エチレンジアミン、ジエチレントリアミン、ポリアミドポリアミンエピクロルヒドリン樹脂、ポリアミドエピクロルヒドリン樹脂など)などが挙げられる。これらの内で好ましい架橋剤(b)は、ポリグリシジルエーテル化合物、ポリオール化合物、ポリアミン化合物である。特に好ましい架橋剤(b)は、カルボン酸基と強い共有結合を形成して剪断後弾性率に優れた吸水性樹脂が得られ、且つ架橋反応を比較的低い温度で行わせることができ経済的であると言う点で、エチレングリコールジグリシジルエーテル、グリセリン-1,3-ジグリシジルエーテル、ポリアミドポリアミンエピクロルヒドリン樹脂、ポリアミドエピクロルヒドリン樹脂である。尚、架橋剤(b)としてカルボン酸基とイオン結合を形成する架橋剤(例えば、酢酸亜鉛、酢酸カルシウム、酢酸バリウム、酢酸ストロンチウム、水酸化アルミニウム、乳酸ジルコニウム、乳酸チタニウム等)は本発明には含まない。架橋剤(b)として上記のイオン性多価金属塩を使用した場合、尿を吸収したときに陽イオンが解離することがあるため、良好なゲルの剪断後弾性率が得られない。

【0012】架橋剤(b)の量は、単量体の合計重量に対して通常0.001~3重量%、好ましくは0.005~2重量%、更に好ましくは0.01~1重量%である。(b)の量が0.001重量%未満では得られる吸水性樹脂の初期弾性率が小さくなり、ゲルの剪断後弾性率も低下する。一方3重量%を越えると逆にゲルが固くなりすぎて脆くなり、ゲルの剪断後弾性率が低下するとともに、加圧下吸収量が低下し、吸収速度も遅くなる。

【0013】アクリル酸塩および/またはアクリル酸からなる単量体と共に必要によりその他の親水性単量体を併用することができ、例えば、不飽和モノまたはポリカ

ルポン酸〔メタクリル酸、クロトン酸、マレイン酸、イタコン酸、無水マレイン酸など〕、スルホン酸基を含有する単量体〔ビニルスルホン酸、アリルスルホン酸、ビニルトルエンスルホン酸、スチレンスルホン酸などの脂肪族または芳香族ビニルスルホン酸；(メタ)アクリル酸スルホエチル、(メタ)アクリル酸スルホプロピルなどの(メタ)アクリルスルホン酸、2-アクリルアミド-2-メチルプロパンスルホン酸などの(メタ)アクリルアミドスルホン酸など〕、リン酸基を含有する重合性単量体〔2-ヒドロキシエチル(メタ)アクリロイルホスフェート、フェニル-2-アクリロイロキシエチルホスフェートなど〕、(メタ)アクリルアミドおよびその誘導体、酢酸ビニルなどが挙げられる。その他の親水性単量体の全単量体に対する量は、重量基準で通常0~30重量%、好ましくは0~10重量%である。その他の親水性単量体の量が30%を越えると、得られる吸水性樹脂の加圧下吸収量が低下する。

【0014】吸水性樹脂を製造するに当たっての重合方法は、従来から公知の方法でよく、例えば重合性単量体、架橋剤(a)とを水溶液重合する方法、逆相懸濁重合する方法、放射線、電子線、紫外線などを照射して重合する方法などが挙げられる。また、重合条件(重合濃度、重合溶媒、重合開始剤の種類と添加量、重合温度など)についても従来から公知の条件でよい。

【0015】本発明における吸水性樹脂は、重合後に、カルボン酸基と共有結合しうる官能基を少なくとも2個有する第二の架橋剤(b)で更に架橋されることを必須としている。この架橋方法については特に限定はなく、単量体としてアクリル酸を使用する場合を例示すると、(1)アクリル酸とアクリル酸塩との単量体混合物と架橋剤(a)とを重合し、その後得られた含水ゲル状重合体に架橋剤(b)を必要なら水性溶液にして添加・混練し、加熱反応(含水重合体の乾燥と同時に架橋反応を行わせてもよい)させることにより実質的に均一に架橋する方法、(2)アクリル酸と架橋剤(a)とを重合し、その後得られた含水ゲル状重合体中のカルボン酸基をアルカリ金属塩で部分中和し、さらに架橋剤(b)を添加・混練し、加熱反応することにより実質的に均一に架橋する方法、(3)アクリル酸または/およびアクリル酸塩と架橋剤(a)を重合して得られる含水ゲル状重合体を乾燥・粉砕し、必要により所望の粒度に調整して得られる粉粒状重合体に架橋剤(b)を必要なら水性溶液にして添加あるいは噴霧して混合し、加熱処理して、該粉粒状重合体の表面近傍を表面架橋する方法、(4)上記(1)で得られた粉粒状重合体に、架橋剤(b)を添加あるいは噴霧して混合し、加熱処理して、該粉粒状重合体の表面近傍をさらに表面架橋する方法、(5)上記

(2)で得られた粉粒状重合体に架橋剤(b)を添加あるいは噴霧して混合し、加熱処理して、該粉粒状重合体の表面近傍をさらに表面架橋する方法などが挙げられ

る。好ましい方法は(1)、(2)、(4)および(5)の方法、さらに好ましくは(2)および(5)の方法であり、紙おむつに適用したときの紙おむつ性能が良好となる。

【0016】上記のように架橋剤(b)を添加・混練した含水ゲル状重合体または粉粒体混合物を加熱架橋させる温度は、(b)の種類によっても異なるが、通常80~220℃、好ましくは100~190℃である。100℃未満の温度では、加熱に長時間を要するので経済的でないばかりか、(b)の種類や添加量によっては本発明の効果が発現するのに十分な程度に架橋反応が進行しないことがある。一方、220℃を超える温度では、吸水性樹脂の着色や熱架橋による加圧下吸収量の低下が生じる。

【0017】架橋させる装置については特に限定はなく、従来から公知の装置が使用できる。上記(1)または(2)の方法で架橋する場合、架橋剤(b)を含水ゲル状重合体に混練する装置としては、例えばニーダー、万能混合機、一軸あるいは双軸の混練押出し機、ミートチョッパーなどが挙げられる。また、加熱架橋および乾燥する装置としては、熱風乾燥機、ドラムドライヤー、ベルト式乾燥機、減圧乾燥機などが挙げられる。上記(3)、(4)または(5)の方法で表面架橋する場合、架橋剤(b)を添加あるいは噴霧して混合する装置としては、例えば、スクリュウ型混合機、タービュライザー、ナウター型混合機、V型混合機、リボンミキサー、双腕型ニーダー、流動式混合機、気流型混合機などが挙げられる。この混合物を加熱処理する装置としては、熱風乾燥機、気流乾燥機、流動層乾燥機、ベルト式乾燥機、ナウター式加熱機、パドルドライヤー、赤外線乾燥機などが挙げられる。

【0018】本発明の吸水性樹脂粒子(A)の形状については粉粒状であれば特に限定はなく、粒状、顆粒状、造粒状、リン片状、塊状、パール状などのいずれの形状であつてもよい。

【0019】本発明に用いられる親水性二酸化ケイ素微粉末(B)は、四塩化ケイ素を酸素と水素を高温燃焼させた焰中で加水分解させて製造される乾式シリカであり、通常" Fumed Silica "と呼ばれているものである。したがって、本発明に用いられる(B)は通常内部表面積を持たない非多孔質である。具体的には、比表面積が50~450m²/gで且つ親水性度が70%以上の親水性二酸化ケイ素である。好ましくは比表面積が100~400m²/gであり且つ親水性度が75%以上の親水性二酸化ケイ素である。比表面積が50m²/g未満の場合、本発明の目的である適度な吸収速度は達成されず、初期の加圧下吸収量(5分後の加圧下吸収量)も低下する。更にゲルの剪断後弾性率も向上しない。一方、比表面積が450m²/gを越えても吸収剤組成物の性能に変化は認められず、親水性二酸化ケ

イ素微粉末の製造コストが増加する分だけ非経済的である。また、親水性度が70%未満の場合、二酸化ケイ素の疎水性が強くなることから、本発明の様に微粉含量が少なく狭い粒度分布をもつ吸水性樹脂に混合すると、得られる吸収剤組成物の吸収速度が遅くなり、且つ初期の加圧下吸収量が低下する。更に、疎水性のシリカは親水性の吸水性樹脂との馴染みが悪く、(A)の粒子表面に十分付着されないことがある。(B)が(A)の表面に十分付着していないと発塵の原因となる。親水性度が70%未満の二酸化ケイ素微粉末は通常疎水性シリカと呼ばれ、本発明における親水性二酸化ケイ素微粉末の表面のシラノール基をモノメチルトリクロルシラン、ジメチルジクロルシラン、トリメチルクロルシラン等と更に反応させてアルキル基を導入して疎水化したものであり、上記の理由から本発明には適さない。但し、親水性度が本発明の範囲となる程度の量の疎水性シリカを併用してもよい。ここで比表面積は、ブルナウアー・エメット・テラー法により測定される値である。親水性度は、水/メタノール=70/30の混合液中にコロイド状に懸濁する二酸化ケイ素の割合である。この値が小さいほど疎水性が強い。尚、二酸化ケイ素微粉末粒度については、比表面積と親水性度が本発明の範囲を満足しておれば特に限定はないが、一般には5~50m μ の一次粒子径を有していると言われている。しかしながら、通常の状態では一次粒子が凝集した形で存在しており、粒度は通常0.07~1 μ 、好ましくは0.1~0.8 μ の微粉末状である。

【0020】本発明において、(A)と(B)との混合比率は、(A)100重量部に対して(B)0.05~5重量部、好ましくは0.1~2重量部である。(B)の量が0.05重量部未満の場合、十分なゲルの剪断後弾性率が得られない。一方、(B)の量が5重量部を越えると、添加量に見合った効果が得られないことから非経済的である。更に、(A)の粒子表面に十分付着されていない(B)が発塵の原因となったり摩擦抵抗の増大を招くため、吸収剤組成物を取り扱う際の作業性の低下や定量供給性の悪化を生じる。

【0021】(A)と(B)とを混合する装置としては通常の粉体混合装置でよく、例えばコニカルブレンダー、ナウターミキサー、V型混合機、気流式混合機、タービュライザー、スクリュース式のラインブレンド装置、スタティックミキサーなどが挙げられる。尚、吸水性樹脂と無機質粉末の存在下に、架橋剤と水を吸収せしめ、次いで攪拌下に加熱して架橋反応と水の留去とを行わせる吸水性樹脂の製法の提案(特開昭60-163956号公報)があるが、この提案における無機質粉末の使用目的は吸水性樹脂に水を吸収させる際のブロッキング性の改善であり、従って、特定の架橋構造と特定の粒度分布を有する吸水性樹脂粒子(A)に特定性状の親水性二酸化ケイ素微粉末(B)を混合して、紙おむつに好適に

使用できるように吸収剤組成物の性能を積極的に改質した本発明とは本質的に異なるものである。更に、本発明では(B)を混合した後の加熱操作は不要である。

【0022】本発明において吸収剤組成物の粒度分布は、850 μ より大きい粒径の含有量が10重量%以下で150 μ より小さい粒径の含有量が10重量%以下の粒度分布である。好ましくは、850 μ より大きい粒径の含有量が5重量%以下で150 μ より小さい粒径の含有量が5重量%以下、さらに好ましくは710 μ より大きい粒径の含有量が5重量%以下で150 μ より小さい粒径の含有量が5重量%以下、最も好ましいのは600 μ より大きい粒径の含有量が5重量%以下で150 μ より小さい粒径の含有量が5重量%以下の粒度分布である。850 μ より大きい粒径の粒子が10重量%を越えると、得られる吸収剤組成物の吸収速度が遅くなりすぎて、紙おむつに適用した場合、漏れを生じることがある。一方、150 μ より小さい粒径が10重量%を越えると、尿と接触したときにゲルブロッキングを生じやすく且つゲルの剪断後弾性率が低下することから漏れを生じることがある。更に、微粉が発塵の原因となったり、吸湿により凝集したり、繊維状基材からの抜けを生じやすくなることから、紙おむつに適用する際の作業性が悪化する。従って、粒度分布を特定の狭い範囲とすることにより、尿を吸収した時にゲルブロッキングを生じず、尿を紙おむつ全体に拡散させる適度な吸収速度が得られ、その結果、表面のドライネスが良好で漏れない紙おむつが実現する。尚、850 μ はJIS(日本工業規格)で18メッシュに対応し、710 μ は22メッシュに、500 μ は28メッシュに、150 μ は100メッシュに対応する。

【0023】粒度分布の調整は、従来から公知の方法で行うことができ、例えば、吸収剤組成物を篩に通過させて850 μ より大きい粒子と150 μ より小さい粒子の含有量をコントロールする方法が簡便である。その他、細かい粒子を造粒(必要によりバインダーを用いてもよい)して目的の粒度分布を得る方法、粉碎条件を最適化することにより篩別することなしに目的の粒度分布を得る方法などが挙げられる。また、重合方法として逆相懸濁重合法を採用した場合には、従来から公知のように、重合時の分散安定剤の種類や使用量の選択、反応槽の構造や攪拌条件の最適化などにより目標の粒度分布を得ることも可能である。尚、粒度分布の調整は(A)の段階で実施することもできる。この場合、(A)と(B)とを混合する装置によっては機械的剪断力によって若干の微粉の発生がありうるので、150 μ より小さい粒子を上記の範囲より少な目にするのが好ましい。

【0024】本発明の吸収剤組成物は、人工尿に対する加圧下吸収能が20~50g/g、人工尿吸収ゲルの剪断後弾性率が4.0、000ダイン/cm²以上、且つ吸収速度が10~90秒である。好ましくは加圧下吸収能

が25~50g/gで、ゲルの剪断後弾性率が45、000ダイン/cm²以上、且つ吸収速度が15~75秒である。このような物性を満足する吸収剤を使用することにより、前述のごとく、長時間着用しても、ドライ感が良好で、漏れない紙おむつが実現する。特に、繊維状基材に対する吸収剤の比率が大きい(例えば、吸収剤/繊維状基材の比率が重量比で30/70を越える場合)薄型化紙おむつに有用である。

【0025】本発明において繊維状基材としては、例えば、セルロース系繊維、変性セルロース繊維、有機系合成繊維およびこれらの混合物が挙げられる。セルロース系繊維としては、例えば綿状パルプ(フラッフパルプ)などの天然繊維、ビスコースレーヨン、アセテートなどのセルロース系化学繊維が挙げられる。有機系合成繊維としては、例えばポリプロピレン系繊維、ポリエチレン系繊維、ポリアミド系繊維、ポリアクリロニトリル系繊維、ポリエステル系繊維、ポリビニルアルコール系繊維、熱融着性複合繊維(例えば上記繊維の少なくとも1種を鞘芯型、偏芯型、並列型などに複合化された繊維、上記繊維の少なくとも2種をブレンドした繊維、上記繊維の表層を改質した繊維など)などが挙げられる。これらの繊維状基材の中で好ましいものは、セルロース系天然繊維、ポリプロピレン系繊維、ポリエチレン系繊維、ポリエステル系繊維、熱融着性複合繊維およびこれらが混合された繊維であり、さらに好ましくは、紙おむつの尿吸収後の形状保持性に優れるという点で、フラッフパルプ、鞘芯型、偏芯型、並列型などに複合化された熱融着性複合繊維およびこれらの混合物である。尚、上記の有機系合成繊維は、界面活性剤などの親水化剤で親水化処理して紙おむつに使用されるのが通常であり、本発明にとっても好適である。

【0026】上記の繊維状基材の長さ、太さについては特に限定されず、通常長さは1~200mm、太さは0.1~100デニールの範囲であれば好適に使用することができる。形状についても繊維状であれば特に限定されず、ウェブ状、細い円筒状、裁断されたスプリットヤーン状、ステーブル状、フィラメント状などが例示される。

【0027】本発明の吸収剤組成物の使用量は、繊維状基材と吸収剤組成物との合計重量に対して通常20~80重量%、好ましくは30~70重量%、さらに好ましくは35~65重量%である。吸収剤組成物の使用量が20重量%未満の場合、従来の吸水性樹脂で十分であり、本発明の吸収剤組成物を使用する効果が乏しい。一方、80重量%を越える場合、吸収剤組成物を繊維状基材中に固定化することが困難となる。

【0028】本発明において吸収剤組成物の使用方法は、従来から公知の方法でよく、例えば繊維状基材と混合する方法、二層の繊維状基材の間に挟む方法、三層以上に積層された繊維状基材の各々の間に散布する方法等

が挙げられる。また、本発明の吸収剤組成物と従来の吸水性樹脂とを混合して、あるいは別々の部位で併用して使用することもできる。

【0029】上記の方法で繊維状基材中に吸収剤組成物が適用された吸収体は、必要により吸収紙や繊維状基材を更に積層し、これらの上部に液体透過性トップシート、下部に液体不透過性バックシートを配置し、レッグギャザー、ウェストギャザー、装着テープなどを装備して紙おむつに仕上げられるのが通常である。

【0030】尚、本発明の目的・効果を損なわない範囲で、本発明の吸収剤組成物に増量剤、添加剤として有機質粉体(例えば、パルプ粉末、セルロース誘導体、天然多糖類など)、無機質粉体(例えばゼオライト、超微粉状疎水性シリカ、活性炭など)、防腐剤、殺菌剤、着色剤、香料、界面活性剤などを必要により配合することができる。

【0031】

【実施例】以下、実施例および比較例により本発明をさらに説明するが、本発明はこれらに限定されるものではない。吸収剤組成物の常圧下吸収量、加圧下吸収量、初期弾性率、ゲルの剪断後弾性率、吸収速度および紙おむつの性能は下記の方法により測定した。以下特に定めない限り%は重量%を示す。

【0032】常圧下吸収量：250メッシュのナイロン網で作成したティーバッグに吸収剤組成物1gを入れ、過剰の人工尿(塩化ナトリウム0.8%、尿素2%、硫酸マグネシウム0.08%、塩化カルシウム0.03%の水溶液)中に、30分間浸漬した後、引き上げて15分間水切りして増加重量を測定し、この値を常圧下吸収量とした。

【0033】加圧下吸収量：250メッシュのナイロン網を底面に貼った円筒型プラスチックチューブ(内径30mm、高さ60mm)内に吸収剤組成物0.1gを入れて均一に広げ、この上に20g/cm²の荷重となるように外径30mmの分銅を乗せる。人工尿60mlの入ったシャーレ(直径：12cm)の中に吸収剤組成物の入ったチューブをナイロン網側を下面にして30分間浸漬する。30分後の増加重量の10倍値を加圧下吸収量とした。尚、前述の初期の加圧下吸収量とは、同様に測定した5分後の値である。

【0034】ゲルの剪断後弾性率：吸収剤組成物1gを50mlの密栓付きガラス瓶に入れ、これに人工尿40mlを加えて40倍吸収ゲルを作成し密栓する。これを40℃の恒温槽内に入れて5時間保温する。次に、5時間保温したゲルの0.1gをクリープメーター(山電株式会社製)の支持テーブル中央に置く。次いで上部シリンダーを下降させて0.3mmの厚さまでゲルを圧縮する。シリンダーを上下させることによって、合計20回の圧縮を繰り返し、圧縮20回目の応力および圧縮されたゲルの断面積を測定して、次式により剪断後の単位面

積に対する応力を計算し、この値をゲルの剪断後弾性率とした。

ゲルの剪断後弾性率 (ダイン/cm²) = (F × 980) / S

ここで、F : 20回目圧縮時の応力 (g)

980 : 重力の加速度

S : 20回圧縮後のゲルの断面積 (cm²)

【0035】吸収速度 : 100mlピーカーに50ccの人工尿 (液温25±2℃) と磁気攪拌子 (直径8mm ; 長さ30mm) とを入れ、マグネチックスターラーにて600rpmで攪拌する。渦中に吸収剤組成物2gを投入し、投入直後から、吸収剤組成物が人工尿を吸収して渦が消失して液面が水平になるまでの時間を測定し、この値を吸収速度とした。

【0036】紙おむつによるドライネスの評価 :

・モデル紙おむつの作成 : 14cm×36cmの長方形に裁断したポリエチレンシートに、同じ大きさのティッシュペーパーと坪量200g/m²のフラッフパルプを重ねる。次いで吸水性樹脂7.5gをフラッフパルプ上に均一に散布し、更に坪量100g/m²のフラッフパルプとティッシュペーパーおよび不織布をこの順で重ねる。この積層物を5kg/cm²の圧力で90秒間プレスすることによりモデル紙おむつを作成した。

・ドライネスの測定 : 人工尿 (青インクで着色) 80mlをモデル紙おむつの中央部に注ぎ、30分後に紙おむつ表面を1kgのローラーで10往復ローリングして剪断力を加える。次いで、更に80mlの人工尿をモデル紙おむつの中央部に注ぎ、30分後に同様に剪断力を加える。この操作を更にもう一度繰り返す。この3回の操作の後、紙おむつ表面のドライ感を10人のパネラーで指触判定し次の4段階で評価した。この平均をドライネスとした。

◎ : ドライ感良好

○ : わずかに湿っぽい、満足出来るレベルのドライ感

△ : ドライ感が乏しく、湿っぽい状態

× : ドライ感なく、完全に濡れた状態

・拡散面積の測定 : ドライネスを評価した後に人工尿が吸収されて広がった面積 (青色に着色) を測定し、拡散面積とした。

【0037】吸水性樹脂粒子の製造例1

容量1リットルのガラス製反応容器にアクリル酸ナトリウム77g、アクリル酸23g、N, N'-メチレンビスアクリルアミド0.4gおよび脱イオン水296gを仕込み、攪拌・混合しながら内容物の温度を5℃に保った。内容物に窒素を流入して溶存酸素量を1ppm以下とした後、過酸化水素の1%水溶液1g、アスコルビン酸の0.2%水溶液1.2gおよび2, 2'-アゾビスアミジノプロパンジハイドロクロライドの2%水溶液2.5gを添加して重合を開始させ、約5時間重合することにより含水ゲル状重合体 (I) を得た。この含水ゲ

ル状重合体をニーダーで混練しながら、エチレングリコールジグリシジルエーテルの5%水溶液6gを添加して均一に混練した。この含水ゲルを130~150℃で熱風乾燥し、粉碎した後、850~150μ (850μより大きい粒径を4% ; 150μより小さい粒径を2%含有) の粒度が94%となるように粒度調整して吸水性樹脂粒子 (イ) を得た。

【0038】吸水性樹脂粒子の製造例2

製造例1で得られた含水ゲル状重合体 (I) を130~150℃で熱風乾燥し、粉碎した後、850~150μ (850μより大きい粒径を4% ; 150μより小さい粒径を2%含有) の粒度が94%となるように粒度調整して架橋重合体粒子 (II) を得た。この架橋重合体粒子 (II) 100gを高速攪拌しながら、エチレングリコールジグリシジルエーテルの10%水溶液3gを均一に噴霧し、約140℃で30分間加熱処理することにより吸水性樹脂粒子 (ロ) を得た。尚、(ロ) の粒度分布は (II) とほとんど同じであった。

【0039】吸水性樹脂粒子の製造例3

容量1リットルのガラス製反応容器にアクリル酸100g、ネオペンチルグリコールトリアリルエーテル0.5gおよび脱イオン水330gを仕込み、攪拌しながら内容物の温度を5℃に保った。内容物に窒素を流入して溶存酸素量を1ppm以下とした後、過酸化水素の1%水溶液1g、アスコルビン酸の0.2%水溶液1.2gおよび2, 2'-アゾビスアミジノプロパンジハイドロクロライドの2%水溶液2.5gを添加して重合を開始させ、約5時間重合することにより含水ゲル状重合体を得た。この含水ゲル状重合体を目皿付きエクストルーダーで混練しながら、35%の水酸化ナトリウム水溶液116gを添加して均一に混練することにより、アクリル酸の73mol%が中和されたゲル状重合体 (III) を得た。このゲル状重合体 (III) にエチレングリコールジグリシジルエーテルの5%水溶液6gを添加して均一に混練した。この含水ゲルを表面温度が180℃のドラムドライヤーで乾燥し、粉碎した後、850~150μ (850μより大きい粒径を2% ; 150μより小さい粒径を4%含有) の粒度が94%となるように粒度調整して吸水性樹脂粒子 (ハ) を得た。

【0040】吸水性樹脂粒子の製造例4

製造例3で得られたゲル状重合体 (III) を表面温度が180℃のドラムドライヤーで乾燥し、粉碎した後、850~150μ (850μより大きい粒径を2% ; 150μより小さい粒径を4%含有) の粒度が94%となるように粒度調整して架橋重合体粒子 (IV) を得た。この架橋重合体粒子 (IV) 100gを高速攪拌しながら、ポリアミドポリアミンエピクロルヒドリン樹脂の10%水溶液4gを均一に噴霧し、約140℃で30分間加熱処理することにより吸水性樹脂粒子 (ニ) を得た。

尚、(ニ) の粒度分布は (IV) とほとんど同じであっ

た。

【0041】吸水性樹脂粒子の製造例5

200mlのフラスコ中で、アクリル酸65.4g、脱イオン水78.6gを仕込み、20~30℃に冷却しながら48%水酸化ナトリウム水溶液56.0gを攪拌下に徐々に滴下してアクリル酸の74モル%を中和した。この単量体水溶液にN,N'-メチレンビスアクリルアミド0.15gを溶解し、次に、過硫酸カリウム0.1gを加えて室温で溶解した後、窒素ガスを流入することにより溶液中の溶存酸素量を1ppm以下とした。還流冷却器を取り付けた1リットルのフラスコにn-ヘキサン400gを仕込み、ソルビタンモノステアレート3gを溶解させた後、窒素ガスを流入することにより溶液中の溶存酸素量を1ppm以下とした。次いで、温浴により温度を約60℃に保持し、攪拌しながら、上記の過硫酸カリウムを含有した単量体水溶液を滴下して約3時間重合を行い、更にリフラックス条件下で2時間熟成することにより、パール状含水重合体の分散液が得られた。次いでエチレングリコールジグリシジルエーテルの10%水溶液3gを添加し、リフラックス条件下で1時間架橋反応させ、重合分散液から含水重合体をろ別し、さらに遠心脱水してパール状含水重合体を得た。この含水重合体を90~95℃で減圧乾燥し、850~150μ(850μより大きい粒径を1%;150μより小さい粒径を8%含有)の粒度が91%となるように粒度調整して吸水性樹脂粒子(ホ)を得た。

【0042】吸水性樹脂粒子の製造例6

製造例3で得たゲル状重合体(III)にエチレングリコールジグリシジルエーテルの5%水溶液3gを添加して均一に混練した。この含水ゲルを表面温度が180℃のドラムドライヤーで乾燥し、粉碎した後、850~150μ(850μより大きい粒径を8%;150μより小さい粒径を6%含有)の粒度が86%となるように粒度調整して吸水性樹脂粒子(ヘ)を得た。

【0043】比較の吸水性樹脂粒子の製造例1~2

製造例2で得られた架橋剤(a)のみの架橋重合体粒子(II)を比較の吸水性樹脂粒子(ト)、製造例4で得られた架橋剤(a)のみの架橋重合体粒子(IV)を比較の吸水性樹脂粒子(チ)とした。

【0044】比較の吸水性樹脂粒子の製造例3

製造例3において、850~150μ(850μより大きい粒径を15%;150μより小さい粒径を1%含有)の粒度が84%となるように粒度調整する以外は製造例3と同様にして比較の吸水性樹脂粒子(リ)を得た。

【0045】比較の吸水性樹脂粒子の製造例4

製造例3において、850~150μ(850μより大きい粒径を1%;150μより小さい粒径を15%含有)の粒度が84%となるように粒度調整する以外は製造例3と同様にして比較の吸水性樹脂粒子(ヌ)を得

た。

【0046】実施例1~6

吸水性樹脂粒子(イ)~(ヘ)各100gに、比表面積 $200 \pm 20 \text{ m}^2/\text{g}$ 、親水性度100%の親水性二酸化ケイ素微粉末(「レオロシールQS-102」;徳山曹達(株)製)0.8gを添加し、V型混合機で十分混合して本発明の吸収剤組成物を得た。尚、親水性二酸化ケイ素微粉末の添加によっても粒度分布にはほとんど変化を認めなかった。これらの吸収剤組成物の性能測定結果を表1に示す。

【0047】実施例7~8

吸水性樹脂粒子(ハ)100gに、下記①または②の親水性二酸化ケイ素微粉末0.8gを添加し、V型混合機で十分混合して実施例7、8の本発明の吸収剤組成物を得た。尚、親水性二酸化ケイ素微粉末の添加によっても粒度分布にはほとんど変化を認めなかった。

①比表面積 $380 \pm 30 \text{ m}^2/\text{g}$ 、親水性度100%の親水性二酸化ケイ素微粉末(「アエロジル380」;日本アエロジル(株)製)

②比表面積 $140 \pm 20 \text{ m}^2/\text{g}$ 、親水性度98%の親水性二酸化ケイ素微粉末(「レオロシールQS-10」;徳山曹達(株)製)

これらの吸収剤組成物の性能測定結果を表1に示す。

【0048】実施例9および10

吸水性樹脂粒子(ハ)100gに「レオロシールQS-102」を0.3g(実施例9)または2g(実施例10)添加し、V型混合機で十分混合して本発明の吸収剤組成物を得た。尚、親水性二酸化ケイ素微粉末の添加によっても粒度分布にはほとんど変化を認めなかった。これらの吸収剤組成物の性能測定結果を表1に示す。

【0049】吸水性樹脂粒子の製造例7

製造例1で得たゲル状重合体(I)にエチレングリコールジグリシジルエーテルの5%水溶液1.5gを添加して均一に混練した。この含水ゲルを130~150℃で熱風乾燥し、粉碎した後、850~150μ(850μより大きい粒径を1%;150μより小さい粒径を4%含有)の粒度が95%となるように粒度調整して架橋重合体粒子を得た。この架橋重合体粒子100gを高速攪拌しながら、エチレングリコールジグリシジルエーテルの10%水溶液3gを均一に噴霧し、約140℃で30分間加熱処理することにより吸水性樹脂粒子(ル)を得た。

【0050】吸水性樹脂粒子の製造例8

製造例3で得たゲル状重合体(III)にエチレングリコールジグリシジルエーテルの5%水溶液1.5gを添加して均一に混練した。この含水ゲルを130~150℃で熱風乾燥し、粉碎した後、850~150μ(850μより大きい粒径を1%;150μより小さい粒径を4%含有)の粒度が95%となるように粒度調整して架橋重合体粒子を得た。この架橋重合体粒子100gを高

速攪拌しながら、エチレングリコールジグリシジルエーテルの 10% 水溶液 3 g を均一に噴霧し、約 140℃ で 30 分間加熱処理することにより吸水性樹脂粒子 (オ) を得た。

【0051】吸水性樹脂粒子の製造例 9

粒度を 710~150 μ (710 μ より大きい粒径を 2% ; 150 μ より小さい粒径を 4% 含有) とする以外は製造例 8 と同様にして吸水性樹脂粒子 (ワ) を得た。

【0052】吸水性樹脂粒子の製造例 10

粒度を 600~150 μ (600 μ より大きい粒径を 2% ; 150 μ より小さい粒径を 4% 含有) とする以外は製造例 8 と同様にして吸水性樹脂粒子 (力) を得た。

【0053】実施例 11~14

吸水性樹脂粒子 (ル) ~ (力) 各 100 g に、比表面積 200 \pm 20 m²/g、親水性度 100% の親水性二酸化ケイ素微粉末 (「レオロシール QS-102」; 徳山曹達 (株) 製) 0.3 g を添加し、V 型混合機で十分混合して本発明の吸収剤組成物を得た。尚、親水性二酸化ケイ素微粉末の添加によっても粒度分布にはほとんど変化を認めなかった。これらの吸収剤組成物の性能測定結果を表 1 に示す。

【0054】比較例 1~6

親水性二酸化ケイ素微粉末を添加していない吸水性樹脂粒子 (イ) ~ (ヘ) の性能測定結果を表 2 に示す。

【0055】比較例 7~10

比較の吸水性樹脂粒子 (ト) ~ (ヌ) 各 100 g に、「レオロシール QS-102」0.8 g を添加し、V 型混合機で十分混合して比較の吸収剤組成物を得た。尚、親水性二酸化ケイ素微粉末の添加によっても粒度分布にはほとんど変化を認めなかった。これらの性能測定結果を表 2 に示す。

【0056】比較例 11

吸水性樹脂粒子 (ハ) 100 g に「レオロシール QS-102」を 0.03 g 添加し、V 型混合機で十分混合して比較の吸収剤組成物を得た。尚、親水性二酸化ケイ素微粉末の添加によっても粒度分布にはほとんど変化を認めなかった。このものの性能測定結果を表 2 に示す。

【0057】比較例 12

吸水性樹脂粒子 (ハ) 100 g に比表面積 120 \pm 10 m²/g、親水性度 58% の二酸化ケイ素微粉末 (「レオロシール MT-10」; 徳山曹達 (株) 製) を 0.8 g 添加し、V 型混合機で十分混合して比較の吸収剤組成物を得た。尚、この二酸化ケイ素微粉末の添加によっても粒度分布にはほとんど変化を認めなかった。このものの性能測定結果を表 2 に示す。

【0058】

【表 1】

実施例	本発明の吸収剤組成物の性能					紙おむつの性能	
	加圧下吸収量(ml/g)		初期 弾性率 (*)	剪断後 弾性率 (*)	吸収 速度 (秒)	ドライ ネス	拡散面積 (cm ²)
	5分値	30分値					
1	22	29	10.4	8.4	45	◎	208
2	28	37	8.3	6.9	39	○	213
3	26	34	11.2	9.8	33	◎	238
4	31	42	8.6	7.2	30	◎~○	225
5	24	30	9.2	7.5	48	◎	216
6	21	28	8.5	6.7	42	○	202
7	27	34	11.3	9.8	32	◎	238
8	25	34	11.0	9.7	35	◎	227
9	24	33	10.2	8.5	42	◎~○	204
10	27	34	11.5	10.1	28	◎	244
11	26	33	9.6	8.8	36	◎	230
12	30	40	10.2	9.5	27	◎	242
13	32	42	10.1	9.5	25	◎	245
14	35	44	10.1	9.4	22	◎	243

*1=10⁴dyn/cm²

比較例	比較の吸収剤組成物の性能					紙おむつの性能	
	加圧下吸収量(ml/g)		初期 弾性率 ($\times 1$)	剪断後 弾性率 ($\times 1$)	吸収 速度 (秒)	ドライ ネス	拡散面積 (cm^2)
	5分値	30分値					
1	13	27	8.7	5.6	98	Δ	168
2	17	34	6.8	4.4	94	$\Delta \sim \times$	164
3	15	30	9.1	5.8	98	Δ	176
4	21	36	7.2	4.8	96	$\Delta \sim \times$	178
5	13	28	8.5	5.5	105	Δ	172
6	9	24	7.4	4.0	116	\times	漏れ発生
7	11	14	5.6	3.3	48	\times	漏れ発生
8	10	18	5.8	3.5	45	\times	167
9	8	28	10.8	9.5	133	$\Delta \sim \times$	漏れ発生
10	13	29	8.4	3.8	26	\times	漏れ発生
11	16	30	9.2	5.8	98	Δ	175
12	9	25	10.5	9.5	124	$\Delta \sim \times$	漏れ発生

$\times 1 = 10^4 \text{ dyne/cm}^2$

【0060】表1、2から解るように、実施例1～14の親水性二酸化ケイ素微粉末を含有する本発明の組成物は、これを含有しない比較例1～6の組成物に比較して、吸収剤組成物および紙おむつの性能ともはるかに優れたものである。また、第一の架橋剤のみを使用した組成物（比較例7、8）、粗粒が多い組成物（比較例9）、微粉が多い組成物（比較例10）、親水性二酸化ケイ素の量が少ない組成物（比較例11）および疎水性二酸化ケイ素を使用した組成物（比較例12）に比較しても、本発明の組成物および紙おむつの性能が優れていることが解る。

【0061】

【発明の効果】本発明の吸収剤組成物は次のような特長および効果を有する。

①人工尿に対する高い加圧下吸収量を有する。更に初期の加圧下吸収量にも優れる。したがって、紙おむつに使用した際、着用者の荷重が加わった状態でも尿をよく吸収する

②初期弾性率が高い。したがって、紙おむつに使用した際、着用者の荷重により吸収ゲルが変形したり、壊れたりしない。

③人工尿吸収ゲルの剪断後弾性率に優れる。したがって、紙おむつに使用した際、着用者の動き（這う、尻をずらす、寝返るなど）による剪断力が加わっても安定し

た吸収力を発揮し、尿を繰り返し吸収することができ

る。
④適度な吸収速度を有する。したがって、尿を紙おむつ内に広く拡散させる。

⑤吸水後のゲルのドライ感が良好であり、サラットした感触を示す。

⑥微粉含量が少なく狭い粒度分布を有する。したがって、紙おむつに適用して尿を吸収した時にゲルブロッキングが生じず、尿を紙おむつ内に広く拡散させる。

⑦紙おむつに適用する際に、粉塵の発生がなく、粉体の流動性が良好であることから、作業性が向上する。

⑧繊維状基材から吸収剤組成物が抜けるといった現象がない。したがって、紙おむつ製造時の生産性が向上（ロス率の低下）する。

⑨（A）と（B）とを混合するという簡単な操作で製造することができる。

【0062】更に、本発明の方法により得られる吸収剤組成物を繊維状基材中で使用した紙おむつは次のような特性を有する。

①吸尿後の紙おむつ表面のドライ感、サラット感が良好である。

②吸水性樹脂が適度な吸収速度を持つため、紙おむつ内での尿の拡散性が良く、紙おむつ全体で尿を効率よく吸収できる。

30

40

50

③尿の漏れに対する心配がない。

【0063】上記効果を奏することから、本発明の方法により得られる吸収剤組成物は、紙おむつ（子供用紙おむつおよび大人用紙おむつ）に使用するのに好適である。特に吸収剤／繊維状基材の比率が大きい薄型化紙お

むつに好適である。また、吸収剤組成物が繊維状基材中で使用されるその他の吸収性当材や衛生材料（例えば、生理用ナプキン、失禁用パッド、母乳パッド、手術用アンダーパッド、ペットシート等）にも好適に使用することができる。

フロントページの続き

(51) Int. Cl. ⁶	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
B 0 1 J 20/10		C 7202-4G		
20/26		D 7202-4G		
C 0 8 F 20/06	MLR			

(72)発明者 向田 慎吾
京都市東山区一橋野本町11番地の1 三洋
化成工業株式会社内